

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-287413

(43)Date of publication of application : 31.10.1995

(51)Int.Cl.

G03G 9/08

G03G 9/087

(21)Application number : 06-101612

(71)Applicant : TOMOEGAWA PAPER CO LTD

(22)Date of filing : 15.04.1994

(72)Inventor : KUBOTA HIDEYUKI

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC TONER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a toner which can be fixed at a low fixing temp., does not cause any problems in practicable use in terms of non-offsetability and has excellent fixing strength to a transfer paper by containing specific weight % of specific paraffin wax into a total binder resin component.

CONSTITUTION: This toner contains the paraffin wax of which the peak position of the absorbed heat quantity by a differential scan calorimeter (DCS) exists at 75 to 85° at 1 to 20wt.% in the total binder resin component. The paraffin wax of which the peak position of the absorbed heat quantity exists at a temp. lower than 75° C is liable to adhere to a collision plate of a pulverizing machine, such as jet mill, at the time of pulverization in a production process of the electrophotographic toner by a melt kneading method. A good pulverizing property is not obtainable with such paraffin and a problem on production arises. Problems of a poor flow property and preservable stability arise as well when the paraffin wax is made into the electrophotographic toner. On the other hand, the paraffin wax of which the peak position of the absorbed heat quantity exists at a temp. higher than 85° C is insufficient in an effect of lowering the m. p. of the electrophotographic toner and, therefore, the sufficient fixing strength to the transfer paper is not obtainable when the toner is fixed at a low fixing temp.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-287413

(43) 公開日 平成7年(1995)10月31日

(51) Int.Cl.⁶

G 0 3 G 9/08
9/087

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 3 G 9/ 08 3 6 5
3 2 1

審査請求 未請求 請求項の数 3 FD (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平6-101612

(22) 山願日 平成6年(1994)4月15日

(71) 出願人 000153591

株式会社巴川製紙所

東京都中央区京橋1丁目5番15号

(72) 発明者 久保田 英之

静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社
巴川製紙所化成品事業部内

(74) 代理人 弁理士 竹内 守

(54) 【発明の名称】 電子写真用トナー

(57) 【要約】

【目的】 低い定着温度で定着することができ、非オフセット性においても実用上なんら問題を発生せず、転写紙への定着強度の優れた電子写真用トナーを提供すること。

【構成】 DSCによる吸収熱量のピーク位置が75～85°Cに存在する石炭を原料としたバラフィンワックスを全結着樹脂成分中に1～20重量%含有する電子写真用トナー。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 示差走査熱量計(DSC)による吸収熱量のピーク位置が75～85°Cに存在するパラフィンワックスを全結着樹脂成分中に1～20重量%含有することを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項2】 前記パラフィンワックスが石炭を原料としたものであることを特徴とする請求項1記載の電子写真用トナー。

【請求項3】 前記パラフィンワックスの25°Cにおける針入度が7以下であることを特徴とする請求項1記載の電子写真用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は電子写真用トナーに関し、特に熱ロール定着を採用している複写機又はプリンター用の電子写真用トナーに関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、電子写真方式を用いた複写機及びプリンターは、一般家庭等を含めてその普及が広まるにともない、複写機又はプリンターの多機能化を主な目的とした低エネルギー化（消費電力の削減）、印刷機と複写機との境に位置するいわゆるグレイエリアへの普及を目的とした高速化、あるいは機械コストを下げるための定着ロールの簡素化のための低ロール圧力化が望まれている。また、複写機の高級化にともない両面コピー機能や原稿自動送り装置の搭載された複写機が広く普及されてきたため、複写機及びプリンターに使用される電子写真用トナーには定着温度が低く、耐オフセット性が優れて、且つ両面コピー時の汚れや、原稿自動送り装置における汚れの発生を防止するため転写紙への定着強度の優れたものが要求されている。

【0003】 上記の要求に対して従来技術では、結着樹脂の分子量や分子量分布を改良したもの等の提案がなされている。具体的には、結着樹脂を低分子量化し、定着温度を低くしようとする試みがなされていた。しかしながら、低分子量化することにより融点は低下したが同時に粘度も低下したため定着ロールへのオフセット現象が発生する問題が生じていた。このオフセット現象を防ぐため、該結着樹脂の分子量分布の低分子量領域と高分子量領域を広くする方法や、あるいは高分子部分を架橋させたりすることが行なわれていた。しかしながら、この方法においては定着性を充分に持たせるために、樹脂のガラス転移温度を低くせざるを得ずトナーの保存性を損なうことが避けられなかった。また、結着樹脂の低分子部分を多くするとトナー自体が脆くなり両面コピー時の汚れや、原稿自動送り装置における汚れが発生していた。更にまた、上記オフセット現象を防ぐためボリオレフィン系の離型剤を含有させる方法も提案されている。しかしながら、該離型剤を含有させるとトナーの融点が高くなり、従って低い定着温度で定着した場合、転写紙

への十分な定着強度を得ることができないという問題があつた。

【0004】 またトナー組成中にバインダー樹脂としてワックス類が使用されているが、従来から製造されている石油系パラフィンワックスは分子量が低く、示差走査熱量計(DSC)による吸熱域が低温度に存在するためトナーとしての保存安定性に問題を及ぼしている。他方石油系マイクロクリスクリンワックスは分子量が比較的高く、融点が高めであるためトナーの融点を下げる効果が無い。一部にはイソパラフィン、ナフテン、芳香族等を含有するマイクロワックスがあるが低温度部での吸熱が多く保存安定性に問題を生じていた。更にまた従来から製造されている石炭系パラフィンワックスのDSCによる吸収熱量のピークが100°C前後に存在するためトナーの融点を下げる効果が無い。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は低い定着温度で定着することができ、非オフセット性においても実用上何等問題を発生せず、転写紙への定着強度の優れた電子写真用トナーを提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、示差走査熱量計(DSC)による吸収熱量のピーク位置が75～85°Cに存在するパラフィンワックスを全結着樹脂成分中に1～20重量%含有することを特徴とする電子写真用トナーである。

【0007】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明の電子写真用トナーに適用するパラフィンワックスは、示差走査熱量計(以下DSCという)で吸収熱量を測定した場合、吸収熱量のピーク位置が75～85°Cに存在するものでなければならない。この場合2つ以上のピークがあつた場合全て75～85°Cの範囲に存在することが必要である。吸収熱量のピーク位置が75°Cより低い温度に有するものは溶融混練法による電子写真用トナーの製造工程の粉碎時において、ジェットミル等の粉碎機の衝突板にパラフィンワックスが付着しやすく、良好な粉碎性が得られなく製造上問題がある。また、電子写真用トナーとした時の流動性、保存安定性が悪いという問題も生じる。一方、吸収熱量のピーク位置が85°Cより高い温度に有するものは、電子写真用トナーの融点を下げる効果が十分でないので低い定着温度で定着した場合、転写紙への十分な定着強度を得ることができない。本発明に適用する上記パラフィンワックスは、石炭を原料とするものおよび石油を原料とするもののいずれも使用できるが、中でも石炭を原料とするパラフィンワックスがトナー粒子の保存安定性の点で本発明に好適に使用される。DSCによる吸収熱量のピーク位置が75～85°Cに存在する石炭を原料とするパラフィンワックスは、フィッシャー・トロブショ法により合成石油製造の際に生成する蒸留成分を水素添加して不飽和炭化水素と酸素化合物

物を除去したものであり、組成的には一般式 C_nH_{2n+2} (ただし n は 30 ~ 60) で示される直鎖炭化水素を主成分とし、具体例としては、サゾール社製の商品名 C-80 が挙げられる。

【0008】DSC の測定装置としては、例えばセイコー電子工業社製の示差走査熱量計 DSC-5200 が挙げられる。測定条件としては、サゾールワックス C-80 を約 1.0 mg 計量して DSC に載置し、1 分間に 5.0 ミリリットルの N₂ ガスを吹き込む。そして、20°C から 150°C の間を 1 分間あたり 10°C の割合で昇温させ、次に 150°C から 20°C に急冷させる過程を 2 回繰り返してその時の吸収熱量を測定するものである。

【0009】前記パラフィンワックスの電子写真用トナー中の含有量は、電子写真用トナーを構成する結着樹脂成分中に 1 ~ 20 重量% 含有させることが必要である。

1 重量%未満であると電子写真用トナーの融点を下げる効果が少ないので低い定着温度で定着した場合、転写紙への十分な定着強度を得にくく、20 重量%より多いと高溫オフセットが発生しやすいので好ましくない。なお本発明でいう結着樹脂成分とは、結着樹脂と前記パラフィンワックスを加えたものをいう。DSC による吸収熱量のピーク位置が 75 ~ 85°C に存在するパラフィンワックスは、従来から使用されているポリオレフィン系ワックスに比べて軟化点が低く、熱に対してシャープに融解する特性があるため、電子写真用トナーに含有させた場合、該トナーの軟化点を低下せしめ低温度の熱定着ホールでも十分に融解し、非オフセット性と定着強度に対して優れた作用効果を有する。又、本発明で使用するパラフィンワックスは 25°C における針入度 (JIS K 2235 による) が 7 以下であることが好ましい。該針入度が 7 以上であるとトナーの流动性、粉碎性の問題を生じやすい。

【0010】次に本発明の電子写真用トナーを構成するパラフィンワックス以外の材料、すなわち結着樹脂、着色剤等について説明する。本発明に使用される結着樹脂としては、ポリスチレン樹脂、ポリアクリル酸エステル樹脂、スチレンーアクリル酸エステル共重合体樹脂、スチレンーメタクリル酸エステル共重合体樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、フェノ*

上記スチレンーアクリル系共重合体樹脂	9.8 部
クロム含金属染料	1.5 部
(オリエント化学工業社製 商品名: ポントロン S-34)	
カーボンブラック	6.5 部
(三菱化成社製 商品名: MA-100)	
石炭を原料とするパラフィンワックス	1.5 部
(サゾール社製 商品名: C-80、DSC による吸収熱量の ピークが位置する温度: 83°C、針入度 6)	

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が 1.0 ~ 5.0 μm の粒子を得た。そして、該粒子 1.0 部と疎水性シリカ (キャボット社製 商品名: キャボシル TS-530) 0.1 部とをハンセルミキサー内で 1 分間攪拌

* ポリイソブチレン樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂等が挙げられる。本発明に使用される着色剤としては、カーボンブラック、ニグロシン染料、アニリンブルー、カルコオイルブルー、クロムイエロー、ウルトラマリンブルー、デュポンオイルレッド、キノリンイエロー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、マラカイトグリーンオクサレートおよびこれらの混合物、その他を挙げることができる。これらの着色剤は、十分な濃度の可視像が形成されるに十分な割合で含有されることが必要であり、通常結着樹脂 100 重量部に対して 1 ~ 20 重量部程度の割合とされる。

【0011】本発明の電子写真用トナーは、前記の如きパラフィンワックス、結着樹脂及び着色剤に、その他のトナー成分例えば電荷制御剤、離型剤、磁性体等を適宜分散含有せしめてなる粒子であり、その平均粒子径は 5 ~ 20 μm の範囲である。また、このようにして得られる粒子にシリカ微粉体等よりなる流动性向上剤を添加混合して電子写真用トナーを構成してもよい。

【0012】本発明の電子写真用トナーは、鉄粉、フェライト、造粒マグネット等より成るキャリアと混合されて二成分現像剤として使用してもよいし、磁性体が含有されるときはキャリアと混合することなくそのまま磁性もしくは非磁性の一成分現像剤として静電荷像の現像に使用してもよい。

【0013】

【実施例】以下、実施例に基づき本発明を説明する。なお、実施例において「部」とは「重量部」を示す。

実施例 1

重量平均分子量 9×10^6 及び数平均分子量 3.9×10^5 のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体 (A) 1.5 部と重量平均分子量 8×10^3 及び数平均分子量 2.7×10^3 のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体 (B) 8.5 部とを混合し、ゲルバーミュエイションクロマトグラフィー (GPC) によって測定されるクロマトグラムにおいて分子量 7.5×10^5 と 4.5×10^3 にピーク位置を有するスチレンーアクリル共重合体樹脂を得た。

【0014】

9.8.5 部

1.5 部

6.5 部

1.5 部

し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。
※【0015】実施例2

実施例1のスチレンーアクリル系共重合体樹脂	9.5部
クロム含金属染料 (オリエント化学工業社製 商品名:ポンtron S-34)	1.5部
カーボンブラック (三菱化成社製 商品名:MA-100)	6.5部
石炭を原料とするパラフィンワックス (サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の ピークが位置する温度:83℃、針入度6)	5部

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53)※

※0) O.4部とをヘンシェルミキサー内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。

【0016】実施例3

実施例1のスチレンーアクリル系共重合体樹脂	9.0部
クロム含金属染料 (オリエント化学工業社製 商品名:ポンtron S-34)	1.5部
カーボンブラック (三菱化成社製 商品名:MA-100)	6.5部
石炭を原料とするパラフィンワックス (サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の ピークが位置する温度:83℃、針入度6)	10部

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53)★

★0) O.4部とをヘンシェルミキサー内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。

【0017】実施例4

実施例1のスチレンーアクリル系共重合体樹脂	8.5部
クロム含金属染料 (オリエント化学工業社製 商品名:ポンtron S-34)	1.5部
カーボンブラック (三菱化成社製 商品名:MA-100)	6.5部
石炭を原料とするパラフィンワックス (サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の ピークが位置する温度:83℃、針入度6)	15部

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が10μmの粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名:キャボシルTS-53)★

★0) O.4部とをヘンシェルミキサー内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。

【0018】実施例5

実施例1のスチレンーアクリル系共重合体樹脂	8.0部
クロム含金属染料 (オリエント化学工業社製 商品名:ポンtron S-34)	1.5部
カーボンブラック (三菱化成社製 商品名:MA-100)	6.5部
石炭を原料とするパラフィンワックス (サゾール社製 商品名:C-80、DSCによる吸収熱量の ピークが位置する温度:83℃、針入度6)	20部

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後、ジェットミルで粉碎

し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が1.0 μm の粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製商品名:キャボシルTS-530)10部とをヘンシェルミキサー内で1分間搅拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ未発明の電子写真用トナーを得た。

【0019】比較例1

石炭を原料とするパラフィンワックスを混合させない以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【0020】比較例2

石炭を原料とするパラフィンワックスの代わりに市販のポリプロピレンワックス(三井石油化学工業社製商品名:N P-105、D S Cによる吸収熱量のピークが位置する温度:140°C、針入度1)を10部混合させた以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【0021】比較例3

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わりに石炭を原料とする従来のパラフィンワックス(サゾール社製商品名:H1、D S Cによる吸収熱量のピークが位置する温度:85、105°Cの2ピーク、針入度1)を10部混合させた以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【0022】比較例4

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わりに石油を原料とする従来のパラフィンワックス(日本精蠅社製商品名:H N P-3、D S Cによる吸収熱量のピークが位置する温度:65°C、針入度6)を10部混合させた以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【0023】比較例5

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80(サゾール社製、D S Cによる吸収熱量のピークが位置する温度:83°C、針入度6)を0.5部、実施例1のスチレンーアクリル系共重合体樹脂99.5部を混合させた以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【0024】比較例6

石炭を原料とするパラフィンワックスC-80(サゾール社製、D S Cによる吸収熱量のピークが位置する温度:83°C、針入度6)を25部、実施例1のスチレン

-アクリル系共重合体樹脂75部を混合させた以外は、実施例1と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【0025】次に前記実施例及び比較例について下記の項目の試験を行なった。

(1) 非オフセット温度領域

まず、前記実施例及び比較例で得た各電子写真用トナー4部と樹脂被覆を施していないフェライトキャリア(パウダーテック社製商品名:F L-1020)96部とを

10 混合して二成分系現像剤を作製した。次に該現像剤を使用して市販の複写機(シャープ社製商品名:S F-9800)にてA4の転写紙に縦2cm、横5cmの帯状の未定着画像を複数作製した。次に、表層がデュポン社製4フッ化エチレン樹脂商品名テフロンで形成された熱定着ロールと、表層がシリコーンゴムで形成された圧力定着ロールが対になって回転する定着機をロール圧力が5Kg/cm²及びロールスピードが100mm/secになるように調節し、該熱定着ロールの表面温度を段階的に変化させて、各表面温度において上記未定着画像20 を有した転写紙のトナー像の定着を行なった。この時余白部分にトナー汚れが生じるか否かの観察を行ない、汚れが生じない温度領域を非オフセット温度領域とした。また、非オフセット温度領域の最大値と最小値の差を非オフセット温度幅とした。

【0026】(2) 定着強度

前記定着機の熱定着ロールの表面温度を130°C及び150°Cに設定し、前記未定着画像が形成された転写紙のトナー像の定着を行なった。そして、形成された定着画像に対して綿パッドによる摺擦を施し、下記式によって定着強度を算出し低エネルギー定着性の指標とした。画像濃度はマクベス社製の反射濃度計R D-914を使用した。

定着強度(%) = 摺擦後の定着画像の画像濃度 / 摺擦前の定着画像の画像濃度 × 100

【0027】(3) 保存安定性

前記実施例1~5、比較例1~7で得られたトナーの保存安定性の評価を実施した。評価は150ccボトルにトナーを20g充填し、50°Cの恒温槽中で24時間放置した後、トナーのケーキング状態を目視により確認した。上記項目の試験結果を表1に示す。

【0028】

【表1】

表 1

	非オフセット 温度領域	非オフセット 温度幅	定着強度		保存安定性
			130°C	150°C	
実施例 1	125~185	60	70	83	問題なし
	120~185	65	72	88	"
	120~185	65	73	90	"
	115~180	65	75	91	"
	115~175	60	78	92	"
比較例 1	130~170	40	58	70	問題なし
	130~200	70	60	71	"
	130~190	60	62	73	"
	120~150	30	72	88	融着して塊発生
	130~175	45	63	75	問題なし
	115~140	25	80	-	ワカターキング発生

【0029】表1の試験結果から明らかなように、本発明の電子写真用トナーの非オフセット温度領域は低温度から高温度までオフセットが発生せず、その温度幅も60°C以上という実用上十分な範囲を維持していることが確認された。また、定着温度130°Cにおける定着強度が70%以上あり実用上十分な定着強度を有することが確認された。これに対して、比較例1~3、5は定着温度130°Cにおける定着強度が65%以下という低いものであることが確認された。比較例6は高温側非オフセ

*ット温度が低下し非オフセット温度幅が25°Cと非実用的であった。比較例4は粉碎時にジェットミルの衝突板にトナーが付着する問題が発生し回収率45%以下と低収率であった。また、実施例1~3の各現像剤を使用して市販の複写機(東芝社製商品名:BD-3801)で5000枚までの連続コピー試験を行なった。その結果は表2に示すとおりである。

【0030】

【表2】

表 2

	帯電量(μC/g)		画像濃度		カブリ	
	初期	5000枚	初期	5000枚	初期	5000枚
実施例 1	-24.5	-25.8	1.42	1.40	0.46	0.53
	23.7	-24.1	1.41	1.41	0.52	0.68
	-24.8	-25.2	1.43	1.42	0.48	0.61

【0031】実施例1~実施例3の全てにおいて、摩擦帶電量が初期から5000枚までの間を-23μm/gから-26μm/gの値で推移し、画像濃度も初期から5000枚までの間を1.40から1.43までの値を推移するもので実用上問題のないことが確認された。なお、コピーした原稿は黒色部が6%のA4のものであり、摩擦帶電量は東芝ケミカル社製のブローオフ摩擦帶電量測定装置を使用し、画像濃度はマクバース社製の反射

濃度計RD-914を、かぶりは日本電色社製色差計Z-1001DPを使用した。

【0032】

【発明の効果】本発明の電子写真用トナーは、十分な非オフセット温度領域を維持し低い温度で定着することができ、かつ定着強度に優れていると共に十分な画像濃度を多数枚得ることができるという効果を有する。

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第6部門第2区分
 【発行日】平成9年(1997)5月20日

【公開番号】特開平7-287413
 【公開日】平成7年(1995)10月31日
 【年通号数】公開特許公報7-2875
 【出願番号】特願平6-101612
 【国際特許分類第6版】
 G03G 9/08
 9/087

【F I】
 G03G 9/08 365 7132-2C
 321 7132-2C

【手続補正書】
 【提出日】平成8年6月26日

【手続補正1】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更
 【補正内容】

【0008】DSCの測定装置としては、例えばセイコー電子工業社製の示差走査熱量計SSC-5200が挙げられる。測定条件としては、サゾールワックスC-80を約10mg計量してDSCに載置し、1分間に50ミリリットルのN₂ガスを吹き込む。そして、20℃から150℃の間を1分間あたり10℃の割合で昇温させ、次に150℃から20℃に急冷させる過程を2回繰り返してその時の吸収熱量を測定するものである。

【手続補正2】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更
 【補正内容】

【0013】
 【実施例】以下、実施例に基づき本発明を説明する。なお、実施例において「部」とは「重量部」を示す。

実施例1
 重量平均分子量9×10⁵及び数平均分子量3.9×10⁵のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体(A)1.5部と重量平均分子量8×10⁵及び数平均分子量2.7×10⁵のスチレンーアクリル酸ブチル共重合体(B)8.5部とを混合し、ゲルバーミュエイションクロマトグラムによって測定されるクロマトグラムにおいて分子量7.5×10⁵と4.5×10⁵にピーク位置を有するスチレンーアクリル酸共重合体樹脂を得た。

【手続補正3】
 【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更
 【補正内容】

【0020】比較例2
 石炭を原料とするパラフィンワックスの代わりに市販のポリプロピレンワックス(三井石油化学工業社製商品名:N P-105、DSCによる吸収熱量のピークが位置する温度:140℃、針入度1)を10部混合させた以外は、実施例3と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【手続補正4】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0021
 【補正方法】変更
 【補正内容】

【0021】比較例3
 石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わりに石炭を原料とする従来のパラフィンワックス(サゾール社製商品名:H1、DSCによる吸収熱量のピークが位置する温度:85、105℃の2ピーク、針入度1)を10部混合させた以外は、実施例3と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【手続補正5】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0022
 【補正方法】変更
 【補正内容】

【0022】比較例4
 石炭を原料とするパラフィンワックスC-80の代わりに石油を原料とする従来のパラフィンワックス(日本精蠅社製商品名:HNP-3、DSCによる吸収熱量のピークが位置する温度:65℃、針入度6)を10部混合させた以外は、実施例3と同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】(3) 保存安定性

前記実施例1～5、比較例1～~~5~~で得られたトナーの保存安定性の評価を実施した。評価は150ccボトルにトナーを20g充填し、50℃の恒温槽中で24時間放置した後、トナーのケーキング状態を目視により確認した。上記項目の試験結果を表1に示す。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正内容】

【0031】実施例1～実施例3の全てにおいて、摩擦帶電量が初期から5000枚までの間を-23μm/gから-26μm/gの値で推移し、画像濃度も初期から5000枚までの間を1.40から1.43までの値を推移するもので実用上問題のないことが確認された。なお、コピーした原稿は黒色部が6%の八寸のものであり、摩擦帶電量は東芝ケミカル社製のブローオフ摩擦帶電量測定装置を使用し、画像濃度はマクベス社製の反射濃度計RD-914を、カブリは日本電色工業社製色差計Z-1001DPを使用した。